

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Japanese Patent Laid-open Publication No. Sho 47-13678

Laid-open Publication Date: July 17, 1972

Applicant: SOLVAY & COMPANY

A method for protecting plastic from being optically deteriorated by radiation from the sun, wherein an atmosphere comprising an ultraviolet absorbent in steam condition is acted over a surface of an object to be protected.

優先権主張	出願番号
フランス国 1971年 1月 5日	7100274
国 年 月 日	
国 年 月 日	
国 年 月 日	

②1 特願昭 47-60

①1 特開昭 47-13678

④3 公開昭 47.(1972) 7.17 (全 5 頁)

審査請求 無

①9 日本国特許庁

⑬ 公開特許公報

庁内整理番号

⑤2 日本分類

6677 47

2700K111

(2000円) 特 許 願 優先権主張
昭和 47 年 1 月 5 日

特許庁長官 殿

1. 発明の名称
プラスチックを太陽輻射線による光劣化から
に保つ方法
2. 発明者
住所
氏名
ベルネー、プラツセル山、リュ・レイモンド、
614
ジャン・ジョー・フォー・レオ・クス
3. 特許出願人
住所
名称
ベルネー、プラツセル山、リュ・プリンス、
アルベルト、331
ソルワエイ・アンド・コムパニイ
アンリイ・デ・ル・ル
国籍
ベルネー
4. 代理人
住所 千105 東京都港区西新橋1丁目2番9号
三井物産館内 電話(591)0261番
(2400) 氏名 金 丸 義 男 外 5 名



方式 登録
審査

47 60

明 細 書

1. 発明の名称

プラスチックを太陽輻射線による光劣化から
保つ方法

2. 特許請求の範囲

保護されるべき物品の表面に蒸気状の紫外線吸収剤を含有する炭素質を作用させることを特徴とするプラスチックを太陽輻射線による光劣化から保つ方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はプラスチック物品を太陽輻射線による光劣化から保つ方法に関する。

短波長の太陽輻射線が戸外の使用において塩化ビニルホモポリマーおよび共重合体、アクリロニトリル-ブタジエンスチレン共重合体、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリステレンなどのごときプラスチックは多かれ少かれ急激な光劣化を生ずることは周知である。この光劣化は機械的性質特に耐衝撃性の低下および時々解光せられる物品の脱色と不透明化を惹起する。

従つて市場中にその加工時に紫外線吸収剤を配合することが要求せられており、最も周知の紫外線吸収剤はベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾール誘導体である。更にこの処理は樹脂中に酸化防止剤およびフリーラジカルの形成を阻止する製品も配合することにより改善される。

さらに、要求せられる物品の表面層は多量の有害な紫外線を吸収するので、プラスチックの劣化を促進する太陽輻射線の浸透は非常に弱いことが認められた。

紫外線吸収剤が高価であることおよび光劣化が露光される物品の表面で起ることを考慮して、樹脂中に紫外線吸収剤の濃度の高い分取より保護せらるべき物品の表面層において紫外線吸収剤を多くする方法を行うことが試みられている。

この必要性を満たすのに非常に適当な方法は保護されるべき物品を紫外線吸収剤を含有するワニスで保護することからなる。しかしながら、この方法は保護せられるべき材料の性質に応じて種々のワニスを製造することを必要とし振動の問題を生

ずる。一般に、ある時間の経過後にワニスは保護せられた材料から剝離する傾向があることが認められている。

他の周知の方法によれば、紫外線吸収剤は保護せられるべき物品の表面に物品を構成する樹脂に対し彫蝕作用を有する溶剤中の紫外線吸収剤の溶液に浸漬するかまたは溶液から被塗する技術により適用される。

従つてこの方法は溶剤を回収するために比較的高価で場所をとる機械類の使用を要する。更に、溶剤の抽出を完全に行うことは困難であり、溶剤は処理中の物品の表面層に滲透し、その結果紫外線吸収剤の増殖媒体は紫外線吸収剤の表面エフロレッセンス（表面吹出し）を促進する。また溶剤の彫蝕作用のため、処理される各樹脂により彫蝕が選択されなければならない紫外線吸収剤は保護される物品の機械的性質に影響を与える。少くとも被塗技術は選択的な面状に平らな表面の保護のみが可能であり、これに対し浸漬法はひずみの形成と溶剤の浸出を生じこれらは処理される物品の表面の仕上りを

3

更に、この方法は比較的精巧に作られた輪郭を有する物品の処理に対しては行い得ない。

少くとも、規則的で比較的薄い被塗を得るためには溶媒かまたは紫外線の紫外線吸収剤を使用することが必要であるがこの場合欠点は前述した方法におけるものと同様である。

本発明者らはこゝに太陽放射による劣化からプラスチック物品の表面を保護しかつ前述の欠点を示さない新規な方法を完成した。

本発明の方法は何ら溶剤を使用しないことを可能としかつ完成物品あるいは半完成物品にその形状に關係なく容易に適用し得る。

更に、本発明の方法は処理された物品の形状を歪形し、あるいはその構成材料を劣化させることのある重大な熱処理を必要としない。

また本発明者らは本法は処理された物品の機械的性質に影響を与えずかつ比較的短時間で紫外線吸収剤の重要な被塗を得ることを可能にすることを認めた。

少くとも、保護された材料の表面層中の紫外線

5

を低下させる。

これらの欠点を避けるために、結局のところ液体の形の紫外線吸収剤の熱的拡散を促進されるべき物品の表面層に直接に生じさせることが提案された。

この目的のために紫外線吸収剤を保護されるべき物品に被塗しこれを紫外線吸収剤の蒸発とその揮発の物品の表面層への拡散を生じさせるために加熱する。

しかしながら、本発明者らは或々の方法もなお若干の欠点を示すことを認めた。

したがつて、材料中に紫外線吸収剤の拡散を速くするために必要とする熱処理は、ある場合に処理される物品の増殖媒体を劣化させる。

更に、この処理は比較的遅くかつ処理される物品の表面の仕上りを減じる。この方法で処理された物品の表面の増殖媒体より小さな表面的電位の存在が明らかになり、この電位は以後の非常に多くの電位発生の原因となりかつそれにより処理される物品の脆弱さを増大する。

4

吸収剤の分布は本発明の方法により最適状態に達することができ、従つて同一量時の化腐した紫外線吸収剤について、前述の既知の方法より効果的な保護を与え得る。

太陽放射による劣化からプラスチック物品を保護することに関する本発明の方法においては、保護されるべき物品の表面は蒸気状態の紫外線吸収剤を含有する蒸気状態の作用に供せられる。

蒸気状態の紫外線吸収剤を含有する蒸気状態は例えば処理室に使用する紫外線吸収剤の性質に応じて100乃至260℃の範囲の温度で加熱された紫外線吸収剤の液体により所散された蒸気を導入することにより得られる。

理論的な処理の原理は紫外線吸収剤の液相と蒸気相との間の平衡を保ちそれにより紫外線吸収剤の蒸気で飽和した処理領域で操作することにある。

しかしながら、処理温度における紫外線吸収剤の蒸気圧は余りに低く工業的な処理に適合し得る時間内に紫外線吸収剤の所望の被塗を与えることができない。ここでまた本発明者らは材料の表面

6

常に適用される紫外線吸収剤の濃度は処理帯域内の紫外線吸収剤の蒸気圧の直接的な函数であることを認めた。従つて処理帯域への蒸気により放散された蒸気の強制的濃縮を生ぜしめ紫外線吸収剤の蒸気を含有する過飽和雰囲気中で操作することが可能である。

光劣化に対して処理されるべき物品はその形状または寸法により連続的にまたは不連続的に処理帯域に導入されかつ取り出され、勿論処理帯域からの紫外線吸収剤の逸散を避けかつ少くとも最少に減少させるため手段が講じられる。

本発明者らは紫外線吸収剤被覆の処理時間は処理されるべき物品の個数がより高いときにより短いことを認めた。従つて処理されるべき物品をその形状や機械的性質を変えざる程度以上に上昇させないで予熱することが好ましい。

更に、本発明者らは物品の予熱温度は処理帯域の温度より高くあるべきでなくもしそうでないならば処理されるべき物品中に紫外線吸収剤が浸透する深さが所望の深さを越えることを認めた。

7

以下に本発明の実施例を示すが本発明はこれにより限定されるものではない。

実施例 1

ポリ塩化ビニルシートを4分間2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノンの蒸気で飽和された雰囲気的作用に供する。該シートは65℃で予熱する。

過飽和雰囲気は65℃に自動調整調節された密閉された処理帯域に205℃に加熱された紫外線吸収剤の蒸気により放散された蒸気を導入することにより得られる。

この処理時間を経過した後、シートは平方メートルあたり3.1gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆はシート表面全体および表面層内に安定かつ均一に分布しておりその厚さは6乃至8ミクロンである。

かくして処理されたシートは長期間戸外で使用されたとき光劣化に対し優秀な耐久性を示す。

処理されたシートの機械的性質に対するこの処理の影響を示すため、衝撃-引張強度の試験を

8

一般に処理されるべき物品を50乃至180℃で予熱することが好ましいと思われる。

本発明により処理された物品上の現出された断面で行われた試験は紫外線吸収剤の被覆が均一に分布していることを示しかつ被覆は材料の表面層に集中しており被覆の厚さは該層の厚さに沿つた紫外線吸収剤の濃度の若干の変化により数ミクロン乃至数十ミクロンの範囲で変り得ることを示した。

本発明の方法は塩化ビニルホモポリマーおよび共重合体、アクリロニトリル-ブタジエンおよび/またはスチレン共重合体、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリオレフィンなどのどとき多くの溶剤から製造された物品に対し適用する。この例は例示的に挙げたものでありこれに限定されるものではない。

同様に非常に多くの紫外線吸収剤を使用することができ、しかしながらその中でベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾール誘導体が好ましいものである。

9

DIN 53448 スタンダード (割みを付けない試験行) により行つた。衝撃-引張を383 g/1000の速度で処理前および処理後に切り取られたシート試料に適用した。衝撃-引張強度は未処理シートについて685 kg/cm²、処理シートについては672 kg/cm²に等しいことを認めた。従つて本発明による紫外線吸収剤処理は処理された物品の機械的性質を変えないものと認められ、これは溶剤の使用を必要とする処理では得られないことである。

実施例 2

不透明な灰色のポリ塩化ビニルシートを実施例1のごとく処理した。

以下の試験条件は次の通りである。

— 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノンの浴の濃度 20.2g

— 密閉した処理帯域の温度 65℃

— シートの予熱温度 65℃

— 処理時間 8分間

この処理時間の経過後シートは平方メートルあたり

10

2.6gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆はシート表面全体および18ミクロンの厚さを有する表面層上に安定かつ均一に分布される。

かくして得られたシートは太陽輻射線による光劣化に対して優秀な耐久性を示した。

実施例3

ポリ塩化ビニルシートを紫外線吸収剤として2-ヒドロキシ-4-オクトキシ-ベンゾフェノンを使用して実施例1で述べたごとく処理した。

種々の試験条件は以下の通りであり、密閉した処理帯域へのシートの導入温度は室温である。

— 2-ヒドロキシ-4-オクトキシ-ベンゾフェノンの浴の温度 217℃

— 密閉した処理帯域の温度 110℃

— 処理時間 8分

この処理時間の経過後、シートは平方米あたり4.6gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆はシート表面全体および30ミクロンの厚さの表面層に安定かつ均一に分布する。

実施例4

試験条件は以下の通りである。

— 2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンの浴の温度 200℃

— 密閉した処理帯域の温度 108℃

— シートの予熱の温度 97℃

— 処理時間 2分

この処理時間の経過後シートは平方米あたり4.6gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆はシート表面全体および12ミクロンの厚さの表面層上に安定かつ均一に分布する。かくして処理されたポリカーボネートシートは光劣化に対し耐久性が良好である。

実施例5

ABB板を、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンを紫外線吸収剤として使用して、実施例1におけるごとく処理した。試験条件は以下の通りである。

— 2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンの浴の温度 203℃

— 密閉した処理帯域の温度 103℃

ポリスチレンの不透明白色シートを、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンを紫外線吸収剤として使用して実施例1のごとく処理した。

試験条件は以下の通りであり、ポリスチレンシートは予熱しなかつた。

— 2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンの浴の温度 203℃

— 密閉した処理帯域の温度 104℃

— 処理時間 60秒

この処理時間の経過後シートは平方米当たり3.2gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆はシート表面全体および50ミクロンの厚さの表面層上に安定かつ均一に分布する。かくして処理されたポリスチレンシートは光劣化に対し耐久性が良好である。

実施例6

半透明のポリカーボネートシートを、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-ベンゾフェノンを紫外線吸収剤として使用して実施例1におけるごとく処理した。

— 板の予熱温度 85℃

— 処理時間 60秒

この処理時間後、ABB板は1.7gの紫外線吸収剤で被覆され、この被覆は板の表面および12ミクロンの厚さの表面層全体に安定かつ均一に分布する。これらの板は処理しない板より光劣化に対し明らかに耐久性が良好である。

実施例7

ポリプロピレン板を実施例1のごとく処理する。紫外線吸収剤はガイギー社から商品名チナグインP (TINOVIN P) として市販されているベンゾトリアゾール誘導体である。

試験条件は次の通りである。

— チナグインPの浴の温度 180℃

— 密閉した処理帯域の温度 92℃

— 板の予熱の温度 92℃

— 処理時間 8分

この処理時間後、板は平方米当たり3.7gのチナグインPで被覆され、この被覆は板の表面全体および10ミクロンの厚さの表面層に安定かつ均一

に分布している。かくして処理されたポリプロピレンは劣化に対し耐久性良好である。

本発明の実施の態様を要約すれば以下の通りである。

- (1) 処理すべき物品は50乃至120℃の温度で予熱する。
- (2) 蒸気状態の炭外線吸収剤を含有する界面活性剤溶液に100乃至200℃の温度で加熱した炭外線吸収剤の溶液により加熱される蒸気を導入する。
- (3) 処理帯域を炭外線吸収剤の蒸気により飽和する。
- (4) 処理帯域を炭外線吸収剤の蒸気により過飽和する。
- (5) 処理帯域を炭外線吸収剤の蒸気の温度より低い温度に自動膨脹調節する。
- (6) 炭外線吸収剤をベンゾフェノンおよびベンゾトリアゾール誘導体からなる群から選んで行う。
- (7) 処理される物品は塩化ビニルホモポリマーおよび共重合体、ポリスチレン、アクリロニトリ

15

ループタジエンスチレン共重合体、ポリカーボネートおよびポリオレフィンからなる群から選ばれたプラスチック材料である。

代理人 金 丸 義 男
代理人 本 間 良 之
代理人 朝 内 忠 夫
代理人 八 木 田 茂
代理人 浜 野 孝 雄
代理人 森 田 哲 二

16

5. 添附書類の目録

- | | |
|------------|-----|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 図 面 | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |
| (4) 優先権証明書 | 1 通 |

6. 前記以外の発明者、代理人

(1) 発 明 者

(2) 代 理 人

住 所 東京都港区西新橋1丁目2番9号
三井物産館内

氏名 本 間 良 之
同 所 朝 内 忠 夫
同 所 八 木 田 茂
同 所 浜 野 孝 雄
同 所 森 田 哲 二